

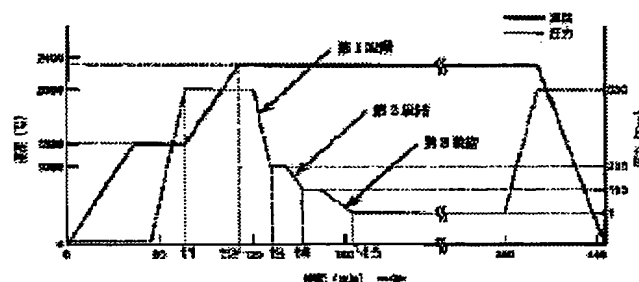
# PRODUCTION OF SILICON CARBIDE SINGLE CRYSTAL

**Patent number:** JP11060390  
**Publication date:** 1999-03-02  
**Inventor:** KITAOKA EIJI; MAKINO HAJIME; YOKOI MASAO; KITO YASUO  
**Applicant:** DENSO CORP  
**Classification:**  
**- international:** C30B23/02; C30B27/00; C30B29/36; H01L21/205; H01L33/00;  
C30B23/02; C30B27/00; C30B29/10; H01L21/02; H01L33/00; (IPC1-7):  
H01L33/00; C30B29/36; C30B23/02; C30B27/00; H01L21/205  
**- european:**  
**Application number:** JP19970213546 19970807  
**Priority number(s):** JP19970213546 19970807

Report a data error here

## Abstract of JP11060390

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method to easily produce a silicon carbide single crystal with a uniform crystal form and crystal planes and good quality.  
**SOLUTION:** A silicon carbide source powder heated at 2200 to 2300 deg.C is deposited on a silicon carbide single crystal substrate at a temp. lower than the temp. of the silicon carbide source powder by 50 to 100 deg.C, and then the pressure of an inert gas atmosphere is reduced in two or more plural steps. The reduction of pressure is controlled in such a manner that the pressure ranges 200 to 500 Torr in the first step, 100 to 200 Torr in the second step and 1 to 10 Torr in the third step, and moreover, that the pressure is slowly reduced for  $\geq 10$  min from the starting of pressure reduction of the inert gas atmosphere to the pressure to grow the crystal. Thereby, the initial growing rate of the crystal growth is controlled, and a high-quality silicon carbide single crystal with a uniform crystal shape and crystal planes is grown along the lattices of a good quality silicon carbide single crystal.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-60390

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月2日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 3 0 B 29/36

C 3 0 B 29/36

A

23/02

23/02

27/00

27/00

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

// H 0 1 L 33/00

33/00

Z

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平9-213546

(22) 出願日

平成9年(1997) 8月7日

(71) 出願人 000004260

株式会社デンソー

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地

(72) 発明者 北岡 英二

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会  
社デンソー内

(72) 発明者 牧野 肇

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会  
社デンソー内

(72) 発明者 横井 政雄

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会  
社デンソー内

(74) 代理人 弁理士 伊藤 洋二 (外1名)

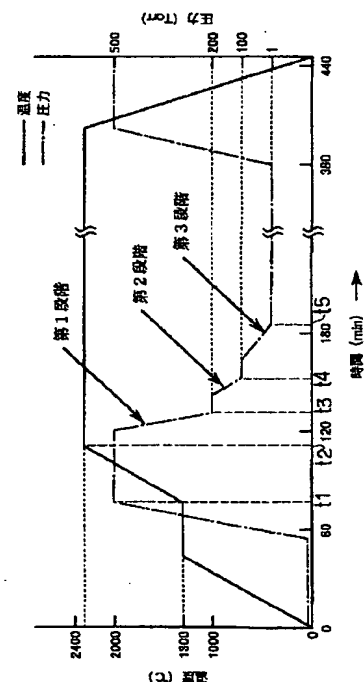
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化珪素単結晶の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 結晶の形及び結晶面の整った良質な炭化珪素単結晶を容易に製造できる方法を提供する。

【解決手段】 炭化珪素原料粉末2の温度を2200～2300℃にして、炭化珪素単結晶基板5の温度が前記炭化珪素原料粉末2の温度より50～100℃低い温度に到達後、不活性ガス雰囲気中の圧力を2段以上の多段階に減圧する。その多段階に減圧する圧力を、第1段階で200～500 Torr、第2段階で100～200 Torr、第3段階で1～10 Torrの領域にし、さらに不活性ガス雰囲気中の圧力の減圧開始から結晶成長する圧力に到達するまでの減圧時間を10分以上の時間をかけてゆっくり減圧する。これにより、結晶成長の初期成長速度を制御し、良質な炭化珪素単結晶の格子に従って、結晶の形、結晶面の整った良質な炭化珪素単結晶7が成長する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 炭化珪素原料粉末 (2) を不活性ガス雰囲気中で加熱昇華させ、前記炭化珪素原料粉末 (2) より低温になっている炭化珪素単結晶基板 (5) の表面に炭化珪素単結晶 (7) を結晶成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、  
前記炭化珪素原料粉末 (2) の温度及び、前記炭化珪素単結晶基板 (5) の温度が結晶成長温度に到達したのうち、前記不活性ガス雰囲気の圧力を複数段階に減圧して、前記炭化珪素単結晶 (7) の結晶成長の初期における成長速度を制御することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 2】 前記不活性ガス雰囲気の圧力を第 1 段階の減圧として、200～500 Torr の範囲の圧力まで減圧し、この範囲の圧力を第 1 の所定時間保持する工程と、

前記不活性ガス雰囲気の圧力を第 2 段階の減圧として、100～200 Torr の範囲の圧力まで減圧し、この範囲の圧力を第 2 の所定時間保持する工程と、

前記不活性ガス雰囲気の圧力を第 3 段階の減圧として、1～10 Torr の範囲の圧力まで減圧し、この範囲の圧力を保持する工程とを備えていることを特徴とする請求項 1 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 3】 前記不活性ガス雰囲気の圧力の減圧を開始してから前記炭化珪素単結晶 (7) が結晶成長する圧力に到達するまでの時間を 10 分間以上にすることを特徴とする請求項 1 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 4】 前記第 1 の所定時間に比して、前記第 2 の所定時間を長くすることを特徴とする請求項 2 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 5】 炭化珪素原料粉末 (2) を不活性ガス雰囲気中で加熱昇華させ、前記炭化珪素原料粉末 (2) より低温になっている炭化珪素単結晶基板 (5) の表面に炭化珪素単結晶 (7) を結晶成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、  
前記炭化珪素原料粉末 (2) の温度及び、前記炭化珪素単結晶基板 (5) の温度が結晶成長温度に到達したのうち、前記炭化珪素単結晶 (7) が結晶成長する圧力に前記不活性ガス雰囲気の圧力を連続的に減圧させるようになっており、前記不活性ガス雰囲気の圧力が前記炭化珪素単結晶 (7) が結晶成長する圧力に近づくにつれて前記減圧における減圧速度を小さくすることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、昇華再結晶法による炭化珪素単結晶の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、高耐圧電力用トランジスタ、高耐圧ダイオード等の高耐圧大電力用半導体装置の半導体基

板として炭化珪素単結晶基板が開発されている。この炭化珪素単結晶基板の製造方法としては、アチソン法、レーリー法、結晶再結晶法 (改良レーリー法) 等が知られているが、これらの方法によると自然偶発的な核形成により炭化珪素単結晶が成長するため、結晶の形及び結晶面の制御が困難である。また、上記方法によると成長速度が数 mm/hr と極めて遅いため、柱状に成長しやすく、色々な形や方向の成長面が現れ結晶性が悪いという問題もある。

10 【0003】 そのため、良質な炭化珪素単結晶を成長させる方法が特開昭 59-35099 号公報に提案されている。すなわち、図 5 に示すように数百 Torr の高圧不活性ガス雰囲気中で基板上に良質な炭化珪素単結晶を成長させ、次いでその圧力を 1～10 Torr 迄の低圧に減圧し、この低圧状態で炭化珪素単結晶を成長させている。

20 【0004】 このようにすると、数百 Torr の高圧下で良質な炭化珪素単結晶を形成したのち、さらに数百 Torr の高圧化より 1～10 Torr の低圧に減圧して良質な炭化珪素単結晶上に結晶成長を行えるため、数百  $\mu\text{m/hr}$  という速い成長速度で炭化珪素単結晶を形成することができる。

【0005】

30 【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記従来方法では、数百 Torr の高圧不活性ガス雰囲気中で結晶成長させた後、1～10 Torr の低圧に一気に減圧させているため、数百 Torr の高圧不活性ガス雰囲気中で良質な炭化珪素単結晶を成長させても、その後の急激な圧力変化によって形成される炭化珪素単結晶が上記良質な炭化珪素単結晶の格子に従わず、また成長速度が極めて大きくなるため柱状 (多結晶状態) に成長しやすく、色々な形や方向の成長面が現れてしまい、結晶性が悪いという問題がある。

【0006】 本発明は上記問題に鑑みてなされ、結晶の形及び結晶面の整った良質な炭化珪素単結晶を容易に得ることができる炭化珪素単結晶の製造方法を提供することを目的とする。

【0007】

40 【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するため、以下の技術的手段を採用する。請求項 1 に記載の発明においては、炭化珪素原料粉末 (2) の温度及び、炭化珪素単結晶基板 (5) の温度が結晶成長温度に到達したのち、不活性ガス雰囲気の圧力を複数段階に減圧して、炭化珪素単結晶 (7) の結晶成長の初期における成長速度を制御することを特徴としている。

50 【0008】 このように、不活性ガス雰囲気の圧力を複数段階に減圧して、不活性ガス雰囲気の圧力を複数段階に減圧して炭化珪素単結晶 (7) の結晶成長の初期における成長速度を制御すれば、高圧な不活性ガス雰囲気中で結晶成長したあとに、一気に不活性ガス雰囲気の圧力

3

を減圧させて炭化珪素単結晶(7)を結晶成長させないため、高圧下で結晶成長させた良質な炭化珪素単結晶(7)の格子に従った結晶成長をさせることができる。これにより、結晶の形及び結晶面の整った良質な炭化珪素単結晶(7)を製造することができる。

【0009】請求項2に記載の発明においては、不活性ガス雰囲気圧力を第1～第3段階に分けて減圧し、第1段階の減圧では200～500 Torrの範囲の圧力にして、この範囲の圧力を第1の所定時間保持し、第2段階の減圧では100～200 Torrの範囲の圧力にして、この範囲の圧力を第2の所定時間保持し、第3段階の減圧では1～10 Torrの範囲の圧力まで減圧して、この範囲の圧力を保持することを特徴としている。

【0010】このように、不活性ガス雰囲気圧力を、第1段階では200～500 Torr、第2段階では100～200 Torr、第3段階では1～10 Torrの圧力範囲内になるようにし、それぞれ所定時間その範囲における圧力を保持することによって、炭化珪素単結晶(7)の結晶成長の初期成長速度を制御することができ、請求項1に示す良質な炭化珪素単結晶(7)を形成することができる。

【0011】請求項3に記載の発明においては、不活性ガス雰囲気圧力の減圧を開始してから炭化珪素単結晶(7)が結晶成長する圧力に到達するまでの時間を10分間以上にすることを特徴としている。このように、長い時間をかけて緩やかに減圧することにより、結晶成長の初期の成長速度を緩やかにすることができるため、請求項1に示す良質な炭化珪素単結晶(7)を形成することができる。

【0012】請求項4に記載の発明においては、第1の所定時間に比して、第2の所定時間を長くすることを特徴としている。このように、第1段階の減圧後の圧力保持時間よりも第2段階の減圧後の圧力保持時間を長くすることにより、より良質な炭化珪素単結晶(7)を形成することができる。

【0013】請求項5に記載の発明においては、炭化珪素単結晶(7)が結晶成長する圧力になるように不活性ガス雰囲気圧力を連続的に減圧させるようになっており、不活性ガス雰囲気圧力が炭化珪素単結晶(7)が結晶成長する圧力に近づくにつれて該減圧における減圧速度を小さくすることを特徴としている。このように、不活性ガス雰囲気圧力が連続的に減圧させる場合においても、炭化珪素単結晶(7)が結晶成長する圧力に不活性ガス雰囲気圧力が近づくにつれて、不活性ガス雰囲気圧力の減圧における減圧速度を小さくすれば、結晶成長の初期の成長速度を緩やかにすることができるため、請求項1と同様に良質な炭化珪素単結晶(7)を形成することができる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施の形態を図

4

面に従って説明する。図1に、本実施の形態において用いられる黒鉛製ルツボ1を示す。この黒鉛製ルツボ1は、黒鉛製ルツボ1内に備えられた炭化珪素原料粉末2を熱処理によって昇華させ、種結晶である炭化珪素単結晶層5上に炭化珪素単結晶7を結晶成長させるものである。

【0015】この黒鉛製ルツボ1は、上面が開口しているルツボ本体1aと、ルツボ本体1aの開口部を塞ぐ蓋材1bとから構成されている。そして、この黒鉛製ルツボ1のうち、蓋材1bは種結晶である炭化珪素単結晶層5を支持する台座となる。また、黒鉛製ルツボ1は、アルコンガスが導入できる真空容器の中でヒータにより加熱できるようになっており、このヒータのパワーを調節することによって種結晶である炭化珪素単結晶層5の温度が炭化珪素原料粉末2の温度よりも100℃程度低温に保たれるようにしている。

【0016】次に、炭化珪素単結晶の製造方法を説明する。まず、黒鉛製ルツボ1が入っている真空容器内を不活性ガス、例えばアルゴンガスを導入して500～700 Torrの圧力とし、この圧力を保持する。その後、ヒータに電源を投入し、黒鉛製ルツボ1の温度を結晶成長する所定温度2200～2300℃まで昇温させる。このとき、真空容器内の圧力が500～700 Torrの高圧であることと、黒鉛製ルツボ1の温度が昇温途中であるために、炭化珪素原料粉末2からは原料ガスは昇華しないために結晶成長は行われない。

【0017】黒鉛製ルツボ1の温度が結晶成長する所定の温度2200～2300℃に到達したら、真空容器内の圧力を排気弁をあけて減圧する。ここでは、まず第1段階の減圧として真空容器内の圧力を200～500 Torrの範囲の圧力まで7～15分間かけて減圧して、この範囲内の圧力を5～10分間保持する。この過程は高圧下であるために結晶成長速度は数 $\mu\text{m}/\text{hr}$ と遅いが、炭化珪素単結晶基板5上に良質な炭化珪素単結晶が成長する。なお、この第1段階の減圧10分以上の長い時間書けて行うようにすれば、緩やかな減圧を行うことができるため、結晶成長の初期の成長速度を緩やかにでき、より良質な炭化珪素単結晶を成長させることができる。

【0018】さらに真空容器内の圧力を100～200 Torrの範囲の圧力まで5～10分間かけて減圧して、この範囲内の圧力を5～10分間保持する。これにより、高圧下で成長した良質な炭化珪素単結晶の格子に従って、良質な炭化珪素単結晶が成長する。この結晶成長における結晶成長速度は数十 $\mu\text{m}/\text{hr}$ と高圧下の時よりも速く成長する。

【0019】この後さらに、真空容器内の圧力を1～10 Torrの範囲の圧力まで20～40分間かけて減圧して、この範囲の圧力を数時間保持する。これにより、前工程で成長した良質な炭化珪素単結晶の格子に従って

良質な炭化珪素単結晶 7 が結晶成長速度数 mm/hr と速く成長する。この真空容器内の圧力を 1~10 Torr の範囲の圧力まで減圧する時間は、20 分間未満になると経過時間に対して圧力変動が大きくなり柱状の結晶が成長し易くなり、また 40 分間を超えても結晶成長速度があまり変わらないため、長時間かけて減圧するのは成長上非効率的であるため好ましくない。すなわち、20~40 分間が結晶成長の品質を保持しながら効率よく成長できる時間である。

【0020】このように結晶成長開始時の高圧から低圧への減圧を段階的に行うことにより、図 5 に示す高圧から低圧へ 1 段階で減圧するよりも結晶成長速度が遅くなり、柱状に結晶成長することを抑制し、結晶の形及び結晶面が揃った結晶性の良い炭化珪素単結晶を成長させることができる。上記した実施形態においては、アルゴンガス雰囲気圧力の圧力範囲やその圧力にする時間範囲を示したが、このような圧力範囲や時間範囲からアルゴンガス雰囲気圧力の圧力やその圧力にする時間を選択的に設定すれば良い。例えば、上記実施形態では第 1~第 3 段階に分けてアルゴンガス雰囲気圧力の減圧を行う場合を説明したが、上記圧力範囲が時間範囲を満たすかぎり、前記減圧をより多数段階に分けて行ってもよく、また前記減圧をリニアに行ってもよい。具体的な圧力や時間を選択した実施例を以下に示して各実施例における効果について説明する。

【0021】

【実施例】以下、本発明を実施例 1~3 に示して説明するが、本発明は各実施例に限定されるものではない。

（実施例 1）図 2 に実施例 1 におけるアルゴンガス雰囲気圧力の経時変化曲線を示し、この図に基づいて実施例 1 を説明する。

【0022】まず真空容器内にアルゴンガスを導入して 500 Torr の圧力まで上昇させたのち（図 2 の時点 t1）、加熱を行って原料粉末 2 の温度を 2200~2300℃まで昇温させる（図 2 の時点 t2）。そして、原料粉末 2 の温度が所定の温度に到達した後、第 1 段階の減圧としてアルゴンガス雰囲気圧力を 200 Torr まで 7 分間かけて減圧し（図 2 の時点 t3）、このままの圧力で 6 分間保持する。

【0023】次に、第 2 段階の減圧としてアルゴンガス雰囲気圧力を 100 Torr まで 6 分間かけて減圧し（図 2 の時点 t4）、このままの圧力で 6 分間保持する。なお、本実施例ではこの第 2 段階の減圧時における圧力保持時間を第 1 段階の減圧時における圧力保持時間と同じ時間行っている。さらに、第 3 段階の減圧としてアルゴンガス雰囲気圧力を 1 Torr まで 25 分間かけて減圧する（図 2 の時点 t5）。そして、このままの圧力で炭化珪素原料粉末 2 の温度が 2300℃、炭化珪素単結晶基板 5 との温度差が 60℃になるような条件下で 3 時間結晶成長させて炭化珪素単結晶 7 を形成する。

【0024】この結果、炭化珪素単結晶基板 5 の上に厚さ 500 μm の極めて良質な炭化珪素単結晶 7 の結晶を得ることができる。このように、上記実施形態に示した第 1~第 3 段階の範囲における圧力を任意に選択して、その選択した圧力を所定時間保持するという段階的な減圧及び保持を行うようにして炭化珪素単結晶 7 を形成してもよい。

【0025】（実施例 2）図 3 に実施例 2 におけるアルゴンガス雰囲気圧力の経時変化曲線を示し、この図に基づいて実施例 2 を説明する。上記実施例 1 では、第 1 段階の減圧時における圧力保持時間と第 2 段階の減圧時における圧力保持時間とを同じ時間に行っているが、本実施例 2 では第 1 段階の減圧時における圧力保持時間よりも第 2 段階の減圧時における圧力保持時間が長くなるようにしている。

【0026】具体的には、真空容器内の圧力を多段に減圧する過程において第 1 段階の減圧後の圧力保持時間を T とした場合、第 2 段階の減圧後の圧力保持時間を T+α とする（α は、保持時間 T に対して 1.5~2 倍の時間とするのが望ましい）等して、アルゴンガス雰囲気圧力の減圧の段階を増やす毎に圧力保持時間を長くしている。

【0027】このように、アルゴンガス雰囲気圧力を多段階に減圧する場合において、それぞれの段階における圧力保持時間を順に長くしていくと、圧力保持時間を同一にした場合に比してより良質な炭化珪素単結晶 7 を成長させることができるという結果が実験により得られた。従って、アルゴンガス雰囲気圧力を多段階に減圧する場合において、それぞれの段階における圧力保持時間を順に長くすることにより、より良質な炭化珪素単結晶 7 を成長させることができる。

（実施例 3）図 4 に実施例 3 におけるアルゴンガス雰囲気圧力の経時変化曲線を示し、この図に基づいて実施例 3 を説明する。

【0028】上記実施例 1、実施例 2 では、アルゴンガス雰囲気圧力の減圧を段階的に行ったが、本実施例 3 では上記実施形態における第 1~第 3 段階の圧力範囲及び時間範囲を満たす条件下でアルゴンガス雰囲気圧力の減圧をリニアに行っている。具体的には、真空容器内の圧力を減圧する際、高圧下での初期の減圧速度  $p_a/t_a$  とし、圧力が下がるにつれて減圧速度を連続的に遅くし、結晶成長が始まるころの減圧速度が  $p_b/t_b$ （ $p_a/t_a > p_b/t_b$ ）となるような 2 次曲線を描く減圧速度での減圧を行っている。

【0029】このように、結晶成長開始後におけるアルゴンガス雰囲気圧力の減圧速度を結晶成長開始前よりも遅く変化させた場合、実施例 1 に比してより良質な炭化珪素単結晶を得ることができるという結果が実験により得られた。従って、結晶成長開始後におけるアルゴンガス雰囲気圧力の減圧速度を結晶成長開始前よりも遅く変化させることにより、より良質な炭化珪素単結晶 7 を成長させる

ことができる。

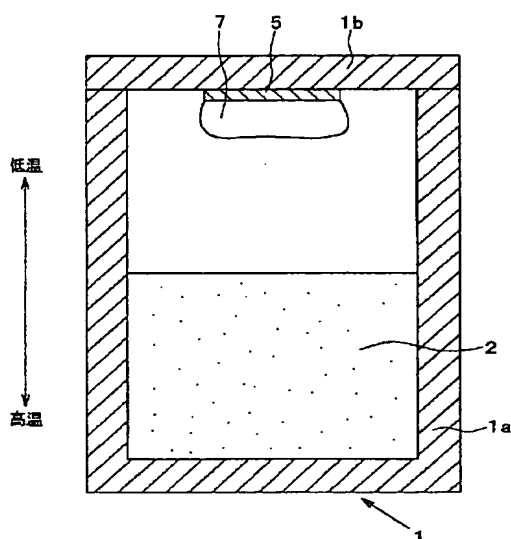
【図面の簡単な説明】

【図 1】炭化珪素単結晶の成長用黒鉛製ルツボの断面図である。

【図 2】第 1 実施例におけるアルゴンガス雰囲気圧力の経時変化曲線図である。

【図 3】第 2 実施例におけるアルゴンガス雰囲気圧力の経時変化曲線図である。

【図 1】



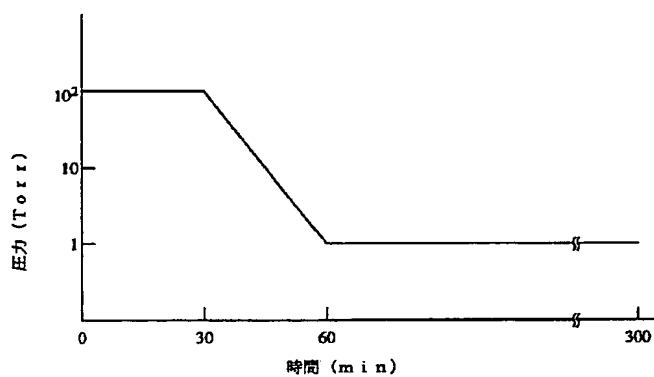
【図 4】第 3 実施例におけるアルゴンガス雰囲気圧力の経時変化曲線図である。

【図 5】従来におけるアルゴンガス雰囲気圧力の経時変化曲線図である。

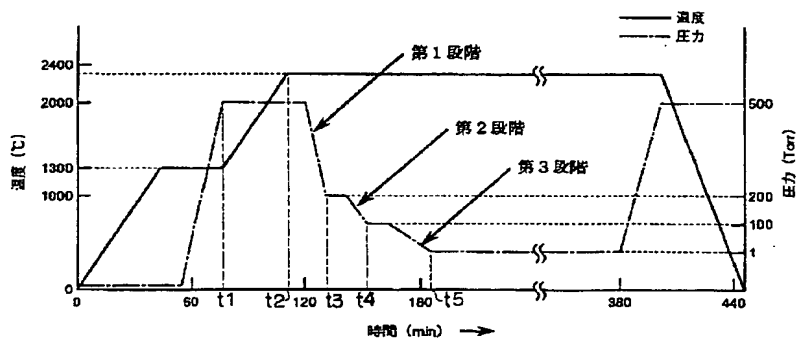
【符号の説明】

1…黒鉛製ルツボ、1 a…ルツボ本体、1 b…蓋部材、  
2…炭化珪素単結晶粉末、5…炭化珪素単結晶基板（種結晶）、7…インゴットの炭化珪素単結晶。

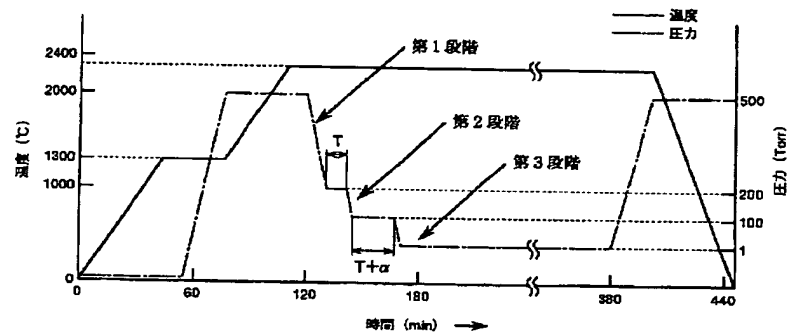
【図 5】



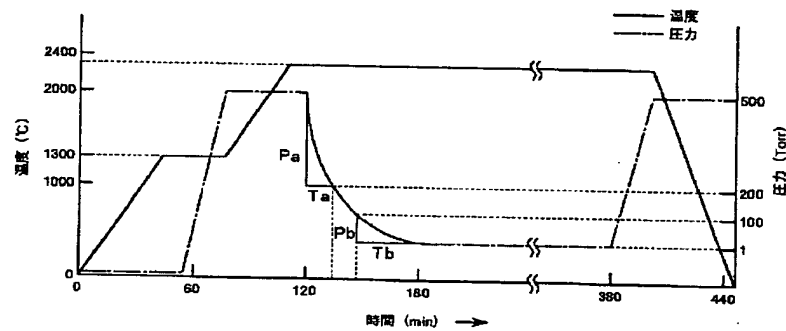
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

(72)発明者 木藤 泰男  
愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会  
社デンソー内